

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-207710

(43)Date of publication of application : 12.09.1987

(21)Application number : 61-051648 (71)Applicant : SEIKO EPSON CORP

(22)Date of filing : 10.03.1986 (72)Inventor : YAMADA KUNIHARU
KATO EIJI

(54) PREPARATION OF SILICA SPHERE

(57)Abstract:

PURPOSE: To prepare silica spheres having highly monodisperse particle size and sharp particle size distribution with optionally adjustable mean particle size to be adjusted to a specified range by using a specified org. solvent in a process for prepg. silica spheres from an org. silicate by the solution method. CONSTITUTION: In a process for prepg. silica spheres by the solution method by mixing an org. silicate (e.g., tetraethyl silicate, etc.), org. solvent (e.g. ethanol, etc.), water, and catalyst and stirring the mixture, aq. ammonia and ammonium salt (e.g. ammonium acetate, ammonium carbonate, etc.) are added simultaneously as the catalyst. Thus, silica spheres having highly monodisperse particle size and extremely sharp particle size distribution with optionally adjustable mean particle size to be adjusted to a range from several hundreds Å to several micron are obtd. The silica spheres have suitable use in wide field of application such as powdery material for adsorbent, filter medium, etc., or material for porous glass filter, or porous glass carrier, etc.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's
decision of rejection]

[Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of
rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-207710

⑬ Int.Cl.⁴
C 01 B 33/12

識別記号 庁内整理番号
6526-4G

⑭ 公開 昭和62年(1987)9月12日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 シリカ球の製造方法

⑯ 特 願 昭61-51648

⑰ 出 願 昭61(1986)3月10日

⑱ 発 明 者 山 田 邦 晴 諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

⑲ 発 明 者 加 藤 栄 司 諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

⑳ 出 願 人 セイコーエプソン株式 会社
東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

㉑ 代 理 人 弁理士 最 上 務 外1名

明 細 書

1. 発明の名称 シリカ球の製造方法

2. 特許請求の範囲

有機シリケート、有機溶剤、水、触媒を混合・攪拌してシリカ球を得る、溶液法によるシリカ球の製造において、該触媒としてアンモニア水及びアンモニウム塩を同時に添加することを特徴とするシリカ球の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、数百オングストローム～数ミクロンの平均粒径を有するシリカ球の製造方法に関する。

〔従来の技術〕

従来のシリカ球は、日本化学会誌H9(1981)頁1503～に示される如く、有機シリケート、エチルアルコール、アンモニア、水を使用し、溶液法により製造されている。

〔発明が解決しようとする問題点〕

しかし、前述の触媒としてアンモニアを使用する溶液法では、アンモニア水中のアンモニア濃度が25～28%と限定されているため、得られるシリカ球の平均粒径は、せいぜい6000～7000Åであり、それ以上粒径を大きくすることは不可能である。

一万高純アルコールを使用すると、粒径が大きくなる傾向はあるものの、単分散性が悪くなるという問題点を有する。

そこで本発明は、かかる問題点を解決するもので、その目的とするところは、単分散性が優れ、平均粒径を数百オングストローム～数ミクロンの範囲で、任意に調整でき、極めて分布のシャープな、シリカ球の製造方法を提供することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明は、有機シリケート、有機溶剤、水、触媒を混合・攪拌してシリカ球を得る、溶液法によるシリカ球の製造において、該触媒として、アンモニア水及びアンモニウム塩を同時に添加すること

とを特徴とする。

〔実施例-1〕

以下実施例に基づき、本発明について、具体的に説明する。

有機シリケートとして、テトラエチルシリケート $[\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4]$ を 50 ml、有機溶剤として、エチルアルコールを 500 ml、純水を 20 ml、触媒としてアンモニア水(28%)を 100 ml、及び酢酸アンモニウムを a g 秤量し、ビーカー中にておよそ1時間混合・攪拌を行なう。

5時間以上静置し、粒径がほぼ一定になつたところで、試料をサンプリングし、電子顕微鏡にて平均粒径を測定する。

第1図に、この時の酢酸アンモニウム量(a g)と、平均粒径の相関を示す。

〔比較例-1〕

有機シリケートとして、テトラエチルシリケート $[\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4]$ を 50 ml、有機溶剤として、エチルアルコールを 500 ml、純水を 20 ml、触媒としてアンモニア水(28%)を b ml 秤量し、

有機シリケートとして、テトライソプロピルシリケート $[\text{Si}(\text{i-OC}_3\text{H}_7)_4]$ を 50 ml、有機溶剤として、イソプロピルアルコールを 500 ml、蒸留水を 20 ml、触媒としてアンモニア水(28%)を d ml 秤量し、ビーカー中にておよそ1時間混合・攪拌を行なう。

5時間以上静置し、粒径がほぼ一定になつたところで、試料をサンプリングし、電子顕微鏡にて平均粒径を測定する。

第4図に、この時のアンモニア水量(d ml)と、平均粒径の相関を示す。

〔実施例-3〕

有機シリケートとして、テトラメチルシリケート $[\text{Si}(\text{OCH}_3)_4]$ を 50 ml、有機溶剤として、メチルアルコールを 500 ml、純水を 10 ml、触媒としてアンモニア水(28%)を 100 ml、及び塩化アンモニウムを e g 秤量し、ビーカー中にておよそ1時間混合・攪拌を行なう。

以下実施例-2と同様にして、第5図に、塩化アンモニウム量(e g)と、平均粒径の相関を示す。

ビーカー中にておよそ1時間混合・攪拌を行なう。

5時間以上静置し、粒径がほぼ一定になつたところで、試料をサンプリングし、電子顕微鏡にて平均粒径を測定する。

第2図に、この時のアンモニア水量(b ml)と、平均粒径の相関を示す。

〔実施例-2〕

有機シリケートとして、テトライソプロピルシリケート $[\text{Si}(\text{i-OC}_3\text{H}_7)_4]$ を 50 ml、有機溶剤として、イソプロピルアルコールを 500 ml、蒸留水を 20 ml、触媒としてアンモニア水(28%)を 150 ml、及び炭酸アンモニウムを c g 秤量し、ビーカー中にておよそ1時間混合・攪拌を行なう。

5時間以上静置し、粒径がほぼ一定になつたところで、試料をサンプリングし、電子顕微鏡にて平均粒径を測定する。

第3図に、この時の炭酸アンモニウム量(c g)と、平均粒径の相関を示す。

〔比較例-2〕

す。

〔実施例-4〕

有機シリケートとして、テトラエチルシリケート $[\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4]$ を 60 ml、有機溶剤として、エチルアルコールを 300 ml、アセトンを 200 ml、蒸留水を 20 ml、触媒としてアンモニア水(28%)を 200 ml、及び硝酸アンモニウムを f g 秤量し、ビーカー中にて、およそ1時間混合・攪拌を行なう。

以下実施例-2と同様にして、第6図に硝酸アンモニウム量(f g)と、平均粒径の相関を示す。

〔実施例-5〕

有機シリケートとして、テトラエチルシリケート $[\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4]$ を 60 ml、有機溶剤として、エチルアルコールを 600 ml、純水を 20 ml、触媒としてアンモニア水(28%)を 150 ml、及び炭酸アンモニウムを 2 g 秤量し、ビーカー中にておよそ1時間混合・攪拌を行なう。

1昼夜(18時間)静置し、試料をサンプリングして、電子顕微鏡にて平均粒径を測定したとこ

ろ、 $9200 \sim 9900 \text{ \AA}$ の範囲に98%以上が分布しており、極めてシャープな粒径分布を示した。

〔実施例-6〕

有機シリケートとして、テトライソプロピルシリケート $[\text{Si}(\text{i-OC}_3\text{H}_7)_4]$ を50ml、有機溶剤として、イソプロピルアルコールを600ml、蒸留水を10ml、触媒としてアンモニア水(28%)を200ml、酢酸アンモニウムを4g秤量し、ビーカー中にておよそ1時間混合・攪拌を行なう。

1昼夜(15時間)静置し、試料をサンプリングして、電子顕微鏡にて平均粒径を測定したところ $1.45 \sim 1.58 \mu\text{m}$ の範囲に98%以上が分布しており、シャープな粒径分布を示した。

〔比較例-3〕

有機シリケートとして、テトラエチルシリケート $[\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4]$ を60ml、有機溶剤として、n-ブチルアルコールを600ml、蒸留水を20ml、触媒としてアンモニア水を200ml秤量

ニウム量と平均粒径の相関図。

第2図は本発明の比較例における、アンモニア水量と平均粒径の相関図。

第3図は本発明の他の実施例における、炭酸アンモニウム量と平均粒径の相関図。

第4図は本発明の他の比較例における、アンモニア水量と平均粒径の相関図。

第5図は本発明の更に他の実施例における、塩化アンモニウム量と平均粒径の相関図。

第6図は本発明の更に別の実施例における、硝酸アンモニウムと平均粒径の相関図。

以上

出願人 セイコーエプソン株式会社
代理人弁理士 最上 務他1名



し、ビーカー中にておよそ1時間混合・攪拌を行なう。

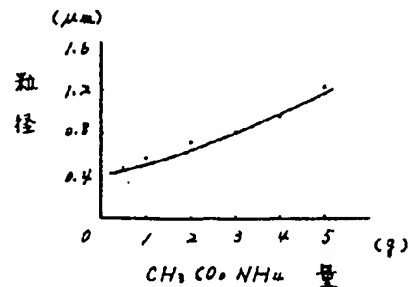
1昼夜(18時間)静置し、試料をサンプリングして、電子顕微鏡にて平均粒径を測定したところ、 $3800 \text{ \AA} \sim 1.2 \mu\text{m}$ の範囲にブロードに分布していた。

〔発明の効果〕

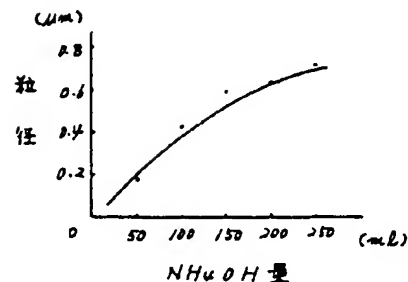
以上述べたように本発明は、有機シリケート、有機溶剤、水、触媒を混合・攪拌してシリカ球を得る、溶液法によるシリカ球の製造において、該触媒としてアンモニア水及びアンモニウム塩を同時に添加することにより、単分散性が優れ、平均粒径を数百オングストローム〜数ミクロンの範囲で、任意に調整でき、極めて分布のシャープなシリカ球が得られ、吸着剤、濾過剤等の粉体材料として、又多孔質ガラスフィルター、多孔質ガラス担体等の原料として広汎な用途を有する。

4. 図面の簡単な説明

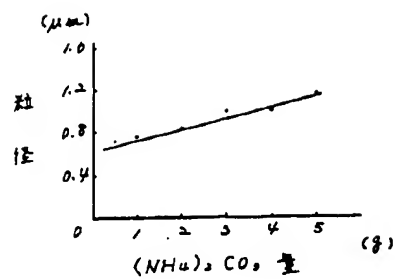
第1図は本発明の実施例における、酢酸アンモ



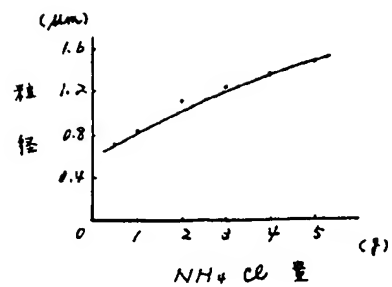
第1図



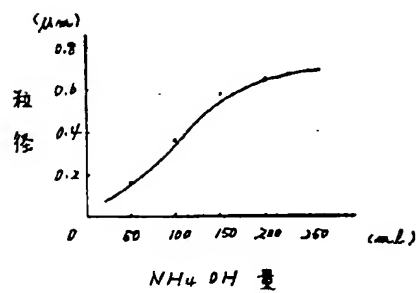
第2図



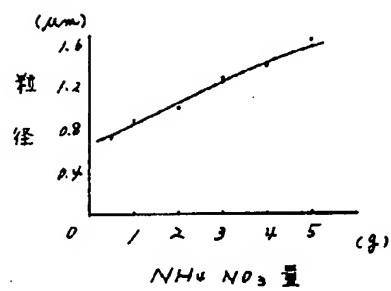
第 3 図



第 5 図



第 4 図



第 6 図